#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 2000248263 A

(43) Date of publication of application: 12.09.00

(51) Int. CI

C09K 3/14 H01L 21/304

(21) Application number: 11053001

(22) Date of filing: 01.03.99

(71) Applicant

HITACHI CHEM CO LTD

(72) Inventor:

**HIRAI KEIZO** 

**ASHIZAWA TORANOSUKE AKAHORI SATOHIKO KURIHARA YOSHIO KURATA YASUSHI** 

# (54) CMP GRINDING LIQUID

#### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare a CMP grinding liquid difficultly being aggregated, enabling flawless polishing to be carried out, capable of attaining a high degree of surface smoothness and useful e.g. for producing semiconductor elements by including cerium sulfide particles coated with an anionic surfactant, or the like, and water containing a dispersed surfactant.

SOLUTION: This CMP grinding liquid consists of (A)

cerium oxide particles coated with (i) preferably 50-99 wt.% anionic surfactant such as ammonium polyacrylate having 31,000 weight average molecular weight or N-acylamino acid salt and (ii) preferably 50-1 wt.% nonionic surfactant such as polyoxyethylenealkylamine, and (B) water containing preferably 0.1-3 wt.% dispersed surfactant. The total quantity of coating substances is preferably 0.1-5 wt.% based on the weight of the cerium oxide particles.

COPYRIGHT: (C)2000, JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-248263 (P2000-248263A)

(43)公開日 平成12年9月12日(2000.9.12)

| (51) Int.Cl.7 | 識別記号  | F I            | テーマコード( <del>多考</del> ) |
|---------------|-------|----------------|-------------------------|
| C09K 3/14     | 5 5 0 | C 0 9 K 3/14   | 550D                    |
|               |       |                | 5 5 0 Z                 |
| H01L 21/304   | 6 2 2 | H 0 1 L 21/304 | 6 2 2 D                 |

#### 未請求 請求項の数3 OL (全6 頁)

| _        |                     |         | AMA MARANAO OL (E O X)   |  |
|----------|---------------------|---------|--|--|
| (21)出願番号 | 特願平11-53001         | (71)出願人 | 000004455  |  |
|          |                     |         | 日立化成工業株式会社   |  |
| (22)出顧日  | 平成11年3月1日(1999.3.1) |         | 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号   |  |
|          |                     | (72)発明者 | 平井 圭三  |  |
|          |                     |         | 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化   |  |
| * 4      |                     | 1.0     | 成工業株式会社茨城研究所内  |  |
| *        |                     | (72)発明者 | <b>芦沢</b> 寅之助  |  |
|          |                     |         | 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化   |  |
|          | ,                   |         | 成工業株式会社茨城研究所内  |  |
|          |                     | (74)代理人 | 100086494  |  |
|          |                     |         | 弁理士 穂高 哲夫  |  |
|          |                     |         | A Section of the sect |  |
| *.       |                     | 7.00    |  |  |
|          |                     |         | 最終頁に続く   |  |

#### (54) 【発明の名称】 CMP研磨液

# (57)【要約】

1211 147

 $x_{i,\ell}(x) = x_i(x)$ 

【課題】 酸化セリウム粒子の凝集が生じ難く、そのた め、酸化珪素絶縁膜等の被研磨面を、傷なく、効率良く 研磨することができ、酸化珪素膜と窒化珪素膜の研磨速 度比が高く、高平坦化が可能なCMP研磨液を提供す

【解決手段】 アニオン系界面活性剤とノニオン系界面 活性剤を被覆した酸化セリウム粒子並びに界面活性剤を 分散させた水より成るCMP研磨液。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤を被覆した酸化セリウム粒子並びに界面活性剤を分散させた水より成るCMP研磨液。

【請求項2】 酸化セリウム粒子を被覆するアニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤の総重量が酸化セリウム粒子の0.1~5重量%であり、被覆した界面活性剤中のアニオン系界面活性剤の含有量が50~99重量%であり、ノニオン系界面活性剤の含有量が50~1重量%であり、水に分散させた界面活性剤の重量が水の0.1~3重量%である請求項1記載のCMP研磨液。

【請求項3】 アニオン系界面活性剤が重量平均分子量 1000以上のポリアクリル酸アンモニウム塩又はN-アシルアミノ酸塩であり、ノニオン系界面活性剤がポリオキシエチレンアルキルアミンである請求項1又は2記載のCMP研磨液。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体素子製造工程のうち、層間絶縁膜の平坦化工程またはシャロー・トレンチ分離の形成工程等において使用されるCMP(Chemical Mechanical Polishing)研磨液に関する。

# [0002]

【従来の技術】超大規模集積回路の分野において実装密度を高めるために種々の微細加工技術が研究、開発されている。既に、デザインルールは、サブハーフミクロンのオーダーになっている。このような厳しい微細化要求を満足するための技術の一つにCMP技術がある。この技術は、半導体装置の製造工程において、露光を施す層を完全に平坦化し、露光技術の負担を軽減し、歩留まりを安定させることができるため、例えば、層間絶縁膜の平坦化やシャロー・トレンチ分離等を行う際に必須となる技術である。

【0003】従来、半導体装置の製造工程において、プラズマーCVD(ChemicalVapor Deposition、化学的蒸着法)、低圧ーCVD等の方法で形成される酸化珪素絶縁膜等を平坦化するためのCMP研磨液として、コロイダルシリカを研磨粒子とする高PH(ペーハー)の研磨液が多用されてきた。しかしながら、この研磨液には、酸化珪素膜の研磨速度が十分ではない、ウエハ全面が均一に削れない(すなわち高平坦化できない)、あるいはスクラッチと呼ばれる研磨傷が多い等の問題がある。

【0004】CMP研磨液は、上記した絶縁膜の平坦化以外に、シャロー・トレンチ分離の形成工程においても使用されている。デザインルール0.5μm以上の世代では、集積回路内の素子分離にLOCOS(シリコン局所酸化)法が用いられてきたが、素子分離幅をより狭くするため、シャロー・トレンチ分離法が用いられてい

る。シャロー・トレンチ分離法では、基板上に成膜した 余分の酸化珪素膜を除くためにCMPが使用され、研磨 を停止させるために、酸化珪素膜の下に窒化珪素膜がス トッパとして形成されるのが一般的である。したがっ て、酸化珪素膜研磨速度は窒化珪素膜研磨速度よりでき るだけ大きいことが望ましい。しかし、従来のコロイダ ルシリカを用いた研磨液は、酸化珪素膜と窒化珪素膜の 研磨速度比が高々3程度と小さく、シャロー・トレンチ 分離用としては実用的ではない。

【0005】一方、フォトマスクやレンズ等のガラス表面研磨液としては、酸化セリウムを用いた研磨液が多用されている。酸化セリウム研磨液は研磨傷が発生し難く、研磨速度が速いという特長を有する。そのため、酸化セリウム研磨液を半導体用研磨液として適用する検討が近年行われているが、未だコロイダルシリカを用いた研磨液にとって代わるに至っていない。その理由は、コロイダルシリカを用いた研磨液の問題点のうち研磨速度と研磨傷については、十分に吟味した酸化セリウム粒子を用いることで良い結果が得られつつあるが、高平坦化及び酸化珪素と窒化珪素の研磨速度比の点で十分な特性を示す酸化セリウム研磨液がなかったためである。

【0006】特開平8-22970号公報には、少なくとも一つの親水基を有する分子量100以上の有機化合物を研磨液に添加することにより、所望の凸状部のみを効率よく研磨し、高平坦化を可能にする方法が提案されている。しかし、特開平8-22970号公報に記載の方法に従って高平坦化させるに足る量(該公報の実施例ではスラリー中6重量%)の有機化合物を添加すると、酸化セリウムが短時間で凝集沈殿して、ウエハに多数の研磨傷を発生させてしまう。そのため、実際には、研磨液と添加剤を含有する水の二液を研磨直前に供給するという効率の悪い方法がとられている。また、研磨後のスラリーを廃棄又は純水として回収する処理を行う場合、添加される有機化合物の量はできるだけ少なくすることが必要である。

# [0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、酸化セリウム粒子の凝集が生じ難く、そのため、酸化珪素絶縁膜等の被研磨面を、傷なく、効率良く研磨することができ、酸化珪素膜と窒化珪素膜の研磨速度比が高く、高平坦化が可能なCMP研磨液を提供することにある。

【0008】本発明の他の目的は、少ない有機化合物の添加量で上記目的を達成することができるCMP研磨液を提供することにある。

【0009】本発明の他の目的は、アニオン系界面活性 剤及びノニオン系界面活性剤の種類を特定し、研磨傷の 発生がなく、酸化珪素膜と窒化珪素膜の研磨速度比が高 く、高平坦化が可能であるといった特長をさらに向上さ せたCMP研磨液を提供することにある。

#### [0010]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、各種有機化合物を酸化セリウム粒子及び研磨液に添加して特性評価した結果、2種類の特定の界面活性剤を被覆した酸化セリウム粒子と特定の界面活性剤を分散させた水より成る研磨液が従来のものと比べて半分以下の添加量で、酸化珪素膜と窒化珪素膜の研磨速度比が高く、高平坦化が可能で、研磨傷を発生させるような凝集を起こさないことを見い出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0011】本発明は、アニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤を被覆した酸化セリウム粒子並びに界面活性剤を分散させた水より成るCMP研磨液に関する。 【0012】

【発明の実施の形態】本発明で用いられる酸化セリウム 粒子は特に制限はないが、TEOS-CVD法等で形成 される酸化珪素膜の研磨液に使用する酸化セリウム粒子 が好適に用いられる。酸化セリウム粒子は、その製造方 法を限定するものではないが、炭酸塩、硝酸塩、硫酸 塩、しゅう酸塩等のセリウム化合物を焼成または過酸化 水素等によって酸化することで作製される。但しこれら の方法により製造された直後の酸化セリウム粒子は凝集 しているため、機械的に粉砕することが好ましい。粉砕 方法としては、ジェットミル等による乾式粉砕や遊星ビ ーズミル等による湿式粉砕方法が好ましい。

【0013】引き続いて、得られた酸化セリウム粒子を 水中に分散させて研磨液とする方法としては、通常の撹 拌機による分散処理の他にホモジナイザー、超音波分散 機、湿式ボールミルなどを用いることができる。

【0014】研磨液中の酸化セリウム粒子の濃度に特に制限はないが、取り扱いやすさから0.5~20重量%範囲が好ましく、1~5重量%の範囲がより好ましい。また、半導体チップ研磨に使用することから、酸化セリウム粒子及びを酸化セリウム粒子を被覆または水に分散させる界面活性剤中のチトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属及びハロゲン、イオウの含有率はそれぞれ10ppm以下に抑えることが好ましい。また、研磨液中の酸化セリウム粒子の平均粒径は、0.01μm~1.0μmであることが好ましい。平均粒径が0.01μm未満であると研磨速度が低くなりすぎる傾向にあり、1.0μmを超えると研磨する膜に傷がつきやすくなる傾向にあるからである。

【0015】本発明におけるCMP研磨液は、酸化セリウム粒子にアニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤を被覆した粒子を用いる。酸化セリウム粒子に2種類の界面活性剤を被覆する方法に特に制限はないが、例えば上記の湿式粉砕時に界面活性剤を加えて被覆するのが効率的で好ましい。この時、被覆する界面活性剤の全てを加えても良い。1種類だけ加えても良い。1種類だけ加えた場合は、酸化セリウム粒子を水中に分散させて所定の濃度の研磨液を作製する工程で残りの界面活性剤

を加えれば良い。なお、酸化セリウム粒子にアニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤を被覆する場合のアニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤の総重量は酸化セリウム粒子に対して0.1~5重量%が好ましく、0.2~2重量%がより好ましい。0.1重量%未満の場合は分散効果がなくなって凝集してしまう傾向があり、5重量%を超える場合は逆に凝集剤として作用してしまう傾向がある。

【0016】また、酸化セリウム粒子を被覆した界面活性剤中のアニオン系界面活性剤の含有量は50~99重量%であることが好ましく、ノニオン系界面活性剤の含有量は50~1重量%であることが好ましい。アニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤の被覆順序は特に制限されないが、一方の界面活性剤のみを被覆した場合には、得られる研磨液の酸化珪素膜と窒化珪素膜との研磨速度比が小さく、高平坦化が十分に行えない。なお、ここでいう界面活性剤の被覆量は研磨液使用時における水中での酸化セリウム粒子への被覆量を意味するものではなく、研磨液製造時に用いる酸化セリウム粒子における被覆量を意味する。

【0017】水に分散させる界面活性剤についても、酸化セリウム粒子にアニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤を被覆した後で加える以外、その方法については特に制限はない。なお、水に分散させる界面活性剤の分散量は水に対して0.1~3重量%が好ましく、0.2~2重量%がより好ましく、0.5~1.5重量%が更に好ましい。0.1重量%未満の場合は、酸化珪素膜と窒化珪素膜の研磨速度比が高くなり、高平坦化が可能となる効果が発現しない傾向になり、5重量%を超える場合は酸化セリウム粒子が凝集して研磨傷が発生する傾向にある。また、3重量%を超える界面活性剤が含まれた水は処理費用が高くなる。

【0018】酸化セリウム粒子を最初にアニオン系界面活性剤を被覆した場合は、次にノニオン系界面活性剤を被覆するのが好ましく、最初にノニオン系界面活性剤を被覆した場合は、次にアニオン系界面活性剤を被覆するのが好ましいが、構造の異なる別種のアニオン系界面活性剤又はノニオン系界面活性剤を更に組み合わせても良い。

【0019】水中に分散させる界面活性剤は、酸化セリウム粒子を最後に被覆した界面活性剤の種類に関わらず、アニオン系界面活性剤又はノニオン系界面活性剤いずれでがも良いが、最初にアニオン系界面活性剤を被覆した場合は、ノニオン系界面活性剤を分散させることが好ましい。

【0020】本発明において用いられるアニオン系界面活性剤としては、αーオレフィンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸 アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルエーテル硫酸エステル塩、メチルタウリン酸塩、アラニネート塩、スル

ホコハク酸塩、エーテルスルホン酸塩、エーテルカルボ ン酸、エーテルカルボン酸塩、N-ヤシ油脂肪酸-L-グルタミン酸トリエタノールアミンやラウロイルー L-グルタミン酸トリエタノールアミン等のN-アシルアミ ノ酸塩、ラウリル硫酸トリエタノールアミン等のアルキ ル硫酸アミン塩、ラウリル硫酸アンモニウム等のアルキ ル硫酸アンモニウム塩、ポリオキシエチレンアルキルエ ーテル硫酸トリエタノールアミン等のポリオキシアルキ レンアルキル硫酸アミン塩、ポリアクリル酸アンモニウ ム塩(アクリル酸の単独重合体のアンモニウム塩及びア クリル酸とアクリル酸メチルなどとの共重合体のアンモ ニウム塩を含む)等のポリカルボン酸型ポリマー等が挙 げられるが、特にポリアクリル酸アンモニウム塩、N-ヤシ油脂肪酸-L-グルタミン酸トリエタノールアミ ン、ラウロイルーレーグルタミン酸トリエタノールアミ ンを用いることが好ましい。なお、ポリアクリル酸アン モニウム塩の重量平均分子量は1000以上であること が好ましい。1000未満であると、酸化セリウム粒子 用分散剤としての効果が弱くなる傾向がある。

【0021】ノニオン系界面活性剤としては、合成アル コール系、天然アルコール系、ポリオキシアルキレング リコール系、脂肪酸エステル系、アルキルアミン系、ア ルキルアミド系、アルキルアミンオキサイド系があり、 例えばポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキ シエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステア リルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、 ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル、ポリオキ シエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチ レンノニルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンア ルキルエーテル、ポリオキシエチレン誘導体、ポリオキ シエチレンソルピタンモノラウレート、ポリオキシエチ レンソルピタンモノパルミテート、ポリオキシエチレン ソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソル ビタントリステアレート、ポリオキシエチレンソルビタ ンモノオレエート、ポリオキシエチレンソルビタントリ オレエート、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソル ビット、ポリエチレングリコールモノラウレート、ポリ エチレングリコールモノステアレート、ポリエチレング リコールジステアレート、ポリエチレングリコールモノ オレエート、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリ オキシエチレン硬化ヒマシ油、アルキルアルカノールア ミド等が挙げられるが、特に、ポリオキシエチレンアル キルアミン、アルキルアルカノールアミドを用いること が好ましい。

【0022】また、水に分散させる界面活性剤として、上記の界面活性剤と同様な効果を発現させるN, N-ジエチルエタノールアミン、N, N-ジメチルエタノールアミン、アミノエチルエタノールアミンを用いることができる。水に分散させる界面活性剤は特に限定されない。

【0023】なお、本発明のCMP研磨液は、半導体基板に形成された酸化珪素膜だけでなく、所定の配線を有する配線板に形成された酸化珪素膜、ガラス、窒化珪素等の無機絶縁膜、フォトマスク・レンズ・プリズムなどの光学ガラス、ITO等の無機導電膜、ガラス及び結晶質材料で構成される光集積回路・光スイッチング素子・光導波路、光ファイバーの端面、シンチレータ等の光学用単結晶、固体レーザ単結晶、青色レーザLED用サファイヤ基板、SiC、GaP、GaAS等の半導体単結晶、磁気ディスク用ガラス基板、磁気へッド等を研磨することができる。

#### [0024]

【実施例】次に、実施例により本発明を説明するが、本 発明はこれに限定されるものではない。

# 【0025】実施例1

炭酸セリウム水和物2kgを白金製容器に入れ、700℃で2時間空気中で焼成することにより酸化セリウムを得た。酸化セリウム粉末が水に対して10重量%になるように脱イオン水を加え、さらにポリアクリル酸アンモニウム塩が酸化セリウム粉末に対して0.5重量%となるように、アクリル酸とアクリル酸メチルをモル比3:1で共重合した重量平均分子量10,000のポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)と混合し、横型湿式超微粒分散粉砕機を用いて1400rpmで120分間粉砕処理をした。得られたスラリー(これをスラリーAとする)の一部をサンプリングして酸化セリウム粒子の粒度分布を測定した結果、、平均粒径は0.15μm、1.0μm以下の粒子数は95.0%であった。また、平均粒径は2週間経過しても±0.01μmの範囲で一定であり、酸化セリウム粒子の凝集はおきなかった。

【0026】次に、酸化セリウム粒子に対して0.5重量%となるように、ノニオン界面活性剤(ポリオキシエチレンアルキルアミン)であるライオン株式会社製エソミン(商品名)を上記スラリーAに加え、撹拌をしながら超音波分散を行った。超音波周波数は40kHzで、分散時間10分で分散を行った。引き続き、得られたスラリーを0.8ミクロンフィルターでろ過し、脱イオン水を加えることにより2重量%に希釈した酸化セリウムスラリーを得た(これをスラリーBとする)。これに、アクリル酸とアクリル酸メチルを1:1で共重合した分子量5,000のポリアクリル酸アンモニウム塩を水に対して1重量%となるように加えて混合し、CMP研磨液を得た。

【0027】この研磨液を遠心分離し、液成分と粒子成分に分離した。次いで、TOC(Total Organic Carbon)法及び赤外線吸収法により界面活性剤を定量した。

【0028】定量の結果、粒子成分からは、酸化セリウム粒子に対して0.35重量%のポリアクリル酸アンモ

ニウム塩と0.15重量%のエソミンが定量された。これらを酸化セリウム粒子を被覆する界面活性剤とした。【0029】一方、液成分には水に対して、1.0重量%のボリアクリル酸アンモニウム塩と0.007重量%のエソミンが定量された。これらを水に分散させた界面活性剤とした。

【0030】このCMP研磨液を用いて8インチウエハ上の酸化珪素膜及び窒化珪素膜を荏原(株)製CMP研磨装置で研磨した結果(研磨荷重30kPa、定盤回転数50rpm、研磨液供給量毎分200ml)、研磨傷は認められなかった。また、酸化珪素膜の研磨速度は毎分3850Å、窒化珪素膜の研磨速度は毎分35Åとなり、研磨速度比は110であった。また、0.5μmの段差がパターン形成された酸化珪素膜を研磨した結果、段差は300Åとなった。

# 【0031】実施例2

実施例1と同様の方法で得たスラリーBに、アニオン系界面活性剤(ラウロイルーLーグルタミン酸トリエタノールアミン)である味の素(株)製アミソフト(商品名)を水に対して1重量%となるように加えて混合し、CMP研磨液を得た。

【0032】この研磨液中の界面活性剤を実施例1に準じて定量した。定量の結果、粒子成分からは、酸化セリウム粒子に対して0.10重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩、0.30重量%のエソミン及び0.20重量%のアミノソフトが定量された。これらを酸化セリウム粒子を被覆する界面活性剤とした。

【0033】一方、液成分には水に対して、0.008 重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩と0.004重 量%のエソミン及び1.0重量%のアミノソフトが定量 された。これらを水に分散させた界面活性剤とした。

【0034】このCMP研磨液を用いて8インチウエハ上の酸化珪素膜及び窒化珪素膜を実施例1と同様に研磨した結果、酸化珪素膜の研磨速度は毎分3000Å、窒化珪素膜の研磨速度は毎分10Åとなり、研磨速度比は500であった。また、0.5μmの段差がパターン形成された酸化珪素膜を研磨した結果、段差は400Åとなった。

# 【0035】比較例1

実施例1と同様の方法で得たスラリーA (酸化セリウム 粒子に界面活性剤が1種類被覆されただけのもの)を酸 化セリウム濃度2重量%に希釈した。得られた研磨液中 の界面活性剤を実施例1に準じて定量した。定量の結 果、粒子成分からは、酸化セリウム粒子な対して0.4 5重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩が定量され た。これらを酸化セリウム粒子を被覆する界面活性剤と した。

【0036】一方、液成分には水に対して、0.001 重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩が定量された。 これらを水に分散させた界面活性剤とした。この研磨液 を用いて実施例1と同様に研磨した結果、酸化珪素膜の研磨速度は毎分3900Å、窒化珪素膜の研磨速度は毎分78Åとなり、研磨速度比5しかなかった。また、0.5μmの段差がパターン形成された酸化珪素膜を研磨した結果、段差は2000Åも残った。

#### 【0037】比較例2

実施例1と同様の方法で得たスラリーA(酸化セリウム粒子に分散剤が1種類被覆されただけのもの)を酸化セリウム濃度2重量%に希釈し、これに、アクリル酸とアクリル酸メチルを1:1で共重合した重量平均分子量5,000のポリアクリル酸アンモニウム塩を水に対して5重量%となるように加えて混合し、CMP研磨液を得た。この研磨液中の界面活性剤を実施例1に準じて定量した。定量の結果、粒子成分からは、酸化セリウム粒子に対して、1.10重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩が定量された。これを酸化セリウム粒子を被覆する界面活性剤とした。

【0038】一方、液成分には水に対して、4.98重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩が定量された。これを水に分散させた界面活性剤とした。この研磨液を用いて実施例1と同様に研磨した結果、0.5μmの段差は600Åになったが、研磨面には多数の研磨傷が認められた。また、酸化珪素膜の窒化珪素膜に対する研磨速度比はわずか30であった。

# 【0039】実施例3

実施例1と同様の方法で得た酸化セリウム粉末に酸化セ リウム粉末が水に対して10重量%になるように脱イオ ン水を加え、さらにノニオン界面活性剤であるライオン 株式会社製エソミン(商品名)を酸化セリウム粉末に対 して0.2重量%となるように混合し、横型湿式超微粒 分散粉砕機を用いて1400rpmで120分間粉砕処 理をした。次に、酸化セリウム粒子に対して3重量%と なるように、アミノ酸系界面活性剤である味の素(株) 製アミノソフト (商品名) を混合し、撹拌をしながら超 音波分散を行った。これに、アクリル酸とアクリル酸メ チルを1:1(モル比)で共重合した重量平均分子量 5,000のポリアクリル酸アンモニウム塩を水に対し て2.5重量%となるように加えて混合し、酸化セリウ - ム濃度2重量%のCMP研磨液を得た。この研磨液中の 界面活性剤を実施例1に準じて定量した。定量の結果、 粒子成分からは、酸化セリウム粒子に対して4.0重量 %のポリアクリル酸アンモニウム塩、0.15重量%の エソミン及び0.35重量%のアミノソフトが定量され た。これらを酸化セリウム粒子を被覆する界面活性剤と

【0040】一方、液成分には水に対して、2.42重量%のポリアクリル酸アンモニウム塩と0.001重量%のエソミン及び2.42重量%のアミノソフトが定量された。これらを水に分散させた界面活性剤とした。

【0041】このCMP研磨液を用いて8インチウエハ

上の酸化珪素膜及び窒化珪素膜を研磨した結果、酸化珪素膜の研磨速度は毎分3600Å、窒化珪素膜の研磨速度は毎分30Åとなり、研磨速度比は120であった。また、0.5μmの段差がパターン形成された酸化珪素膜を研磨した結果、段差は200Åまで小さくできた。【0042】

【発明の効果】本発明のCMP研磨液は、酸化セリウム

の凝集が生じ難いことと、酸化珪素膜と窒化珪素膜の研 磨速度比が高く、高平坦化が可能で、半導体素子製造工 程に使用して好適である。

【0043】本発明のCMP研磨液は研磨液中の界面活性剤の含有量が少なくよく、回収処理が容易であり、半導体素子製造工程に使用して好適である。

#### フロントページの続き

# (72)発明者 赤堀 聡彦

茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化 成工業株式会社茨城研究所内 (72)発明者 栗原 美穂

茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化

成工業株式会社茨城研究所内

(72) 発明者 倉田 靖

茨城県つくば市和台48番 日立化成工業株

式会社筑波開発研究所内